

Westlaw.

(c) 2006 Thomson Derwent. All rights reserved.

198006

Low toxicity cosmetic compsn. - contg. reaction prod. of polyhydric
alcohol glycidyl ether and n-methyl-alkanolamine

Patent Assignee: KANEBO LTD (KANE)

Number of Countries: 001

Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week

JP 54163829 A 19791226 198006 B

JP 85026087 B 19850621 198529

Priority Applications (No Type Date): JP 7872770 A 19780615

Abstract (Basic): JP 54163829 A

Cosmetic compsn. contains 1 cpd. of formula

R1OCH₂-O(OH)HCH₂N(CH₃)R₂ (I). In (I) R₁ is 10-22C alkyl or alkenyl; and
R₂ is -C(CH₂OH)₂-CH₃, -C(CH₂OH)₂-CH₂OH, -CH₂-(CHOH)₄-CH₂OH or a gp.

(VI) or (V). Pref. R₁ includes n-decyl, n-dodecyl, n-tetradecyl,
2-pentylonyl, n-hexadecyl, 2-hexyldecyl, n-octadecyl, 2-heptylundecyl,
2-(1,3,3-trimethyl)butyl-5,7,7-trimethyloctyl, n-9-octadecenyl, n-9,
12-octadecadienyl, n-9,12,15-octadecatrienyl, 2-octyldodecyl and
n-docosyl. (I) is pref. combined as 0.1-30 w/w% in the cosmetics.

(I) have low toxicity, do not stimulate the skin and are readily
dissolved or dispersed in water and oily cosmetic bases. Milky lotions,
face lotions, hair conditioners, shampoos, rinses, etc. with high and
good appearance and touch can be prepd. from (I).

Title Terms: LOW; TOXIC; COSMETIC; COMPOSITION; CONTAIN; REACT; PRODUCT;
POLY; HYDRIC; ALCOHOL; GLYCIDYL; ETHER; N; METHYL; ALKANOLAMINE

Derwent Class: D21; E19

International Patent Class (Additional): A61K-007/00; C07C-093/04

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): D08-B; E10-A07; E10-B03B

Chemical Fragment Codes (M3):

01 H1 H4 H5 M282 M210 M220 M225 M226 M231 M232 M233 M270 M313 M314 M315

M332 M331 M334 M333 M322 M343 M344 M380 M392 L810 H181 J451 J471

H482 H483 H484 H581 M620 H721 H711 H722 H723 H403 H404 H405 Q250

M510 H8 M520 M530 M540 M781 R021 R022 R023 R024 M416 M902

02 H1 H100 H101 H102 H103 H181 H4 H402 H403 H404 H405 H482 H483 H484 H5

H581 H711 H713 H714 H715 H716 H721 H722 H723 H8 J451 J471 L810 L811

L812 L813 L814 L815 L816 L817 L818 L821 L831 L833 L834 L835 M210

M220 M225 M226 M231 M232 M233 M270 M282 M313 M314 M315 M322 M331

M332 M333 M334 M343 M344 M380 M392 M416 M510 M520 M530 M540 M620

M781 M903 Q250 Q251 Q252 Q254 R021 R022 R023 R024

END OF DOCUMENT

© 2006 Thomson/West. No Claim to Orig. U.S. Govt. Works.

⑫公開特許公報 (A)

昭54—163829

⑬Int. Cl.²
A 61 K 7/00

識別記号 ⑭日本分類
31 A 0

庁内整理番号 ⑮公開 昭和54年(1979)12月26日
7432—4C

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 11 頁)

⑯化粧品

⑰特 願 昭53—72770

⑱出 願 昭53(1978)6月15日

⑲発 明 者 本田計一
小田原市寿町5丁目12番13号

⑳発 明 者 奥山源一郎
小田原市寿町5丁目4番3号

㉑出 願 人 鐘紡株式会社
東京都墨田区墨田五丁目17番4号

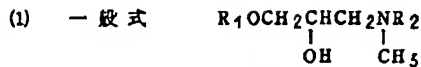
㉒代 理 人 弁理士 足立英一

明 細 書

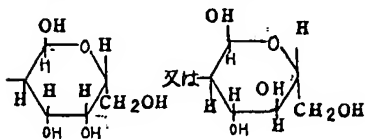
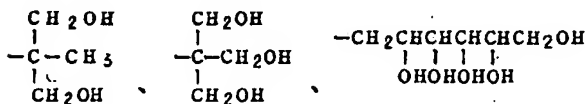
1. 発明の名称

化粧品

2. 特許請求の範囲



(式中で R₁は炭素数10～22のアルキル基又はアルケニル基、R₂は



である。)

で表わされる化合物の少なくとも一つを含有していることを特徴とする化粧品。

(2) 一般式における R₁が、n-デシル基、n-ドデシル基、n-テトラデシル基、2-ペンチルノニル基、n-ヘキサデシル基、2-ヘオキシルデシル基、

n-オクタデシル基、2-ヘプチルウンデシル基、2-(1,3,5-トリメチル)-ブチル-5,7,7-トリメチルオクチル基、n-9-オクタデセニル基、n-9,12-オクタデカジエニル基、n-9,12,15-オクタトリエニル基、2-オクチルドデシル基、n-ドコシル基である特許請求の範囲第(1)項記載の化粧品。

(3) 一般式で表わされる化合物の少なくとも一つが0.1～50重量%の範囲内で含有されている特許請求の範囲第(1)項記載の化粧品。

3. 発明の詳細な説明

本発明は皮膚に対する刺激がなく、安全性、親和性が高く、経日安定性、乳化安定性、使用感等に優れ、且つ外観(肌目、光沢)の良好なクリーム状、乳液状、ローション状、オイル状の皮膚化粧品及び整髪剤、ヘアコンディショナー、シャンプー、リンス等の頭髪化粧品に関する。

従来、多くの化粧品が具備すべき条件としては、

- (1)皮膚等を刺激することなく、安全性が高いこと。
- (2)乳化安定性、経日安定性が高いこと。
- (3)皮膚等

に対する親和性が高いこと。(4)使用感に優れていること。(5)肌目、光沢性等の外観の良好なこと等が挙げられている。

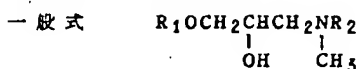
しかし乍ら、これらの諸条件は適切な化粧品原料を使用することによって初めて満たされるものであって、原料の選択は最も重要な課題である。一般に、化粧品は水以外の成分として、油性基剤(油脂、ワックス、高級アルコール、炭化水素、エステル油等)、凝固剤、界面活性剤、エタノール、香料等の成分から構成されるが、中でも界面活性剤は前記諸条件の要因となる乳化安定性、経日安定性、皮膚刺激性、生理的安定性、皮膚等に対する親和性、使用感、外観等に大きな影響を及ぼす為、その使用に際しては細心の注意を払わねばならない。特に非イオン系界面活性剤、可溶性化剤として広く使用されている。その中でも、皮膚刺激、毒性、乳化力等を考慮して、比較的良好なものが現在、化粧品原料として使用されているのではあるが、前記諸条件を全て満たし得るものは未だ見出し得ない。

- 3 -

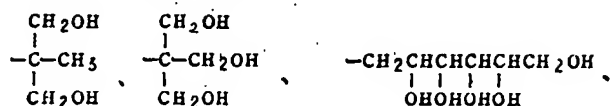
って、しかも化粧品中に含有せしめると、その安定性を著しく増大させるのみならず使用感、外観等も極めて優れたものとなり、従来非イオン系界面活性剤の欠点を悉く解消することを見出し、本発明を完成した。

本発明の目的は、皮膚に対する刺激がなく、生理的安全性、親和性が高く、乳化安定性、経日安定性に優れ、且つ外観の良好なクリーム状、乳液状、ローション状、オイル状の皮膚化粧品及び塗髪剤、ヘアコンディショナー、シャンプー、リンス等の頭髪化粧料を提供することにある。

すなわち、本発明は



(式中でR₁は炭素数10~22のアルキル基又はアルケニル基、R₂は



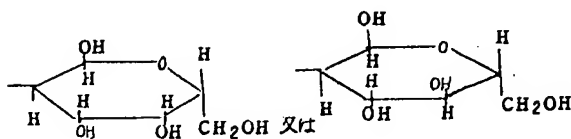
である。)

- 5 -

例えば、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル等のポリオキシエチレン高級アルコールエーテルでは、皮膚に対する刺激性が強く、しかも乳化安定性がわるい。またグリセリルステアリルエーテル、グリセリルセチルエーテル、グリセリルラウリルエーテル(モノエーテル、ジエーテル)等では乳化性がわるく、例えば生成するクリーム等の肌目、光沢性、経日安定性が劣る。又、グリセリン高級脂肪酸エステル、ソルビタン高級脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール高級脂肪酸エステル等のポリオール高級脂肪酸エステルでは、乳化安定性に劣り、ゲル化現象を起し易く、経日安定性に乏しい。更に、ジエタノールアミン等の高級脂肪酸アミドに於いては、乳化力が充分でなく、又、軽微ではあるが、若干の皮膚刺激性が認められ、従ってその用途は限定されていた。

本発明者らは、かかる現状に鑑み、鋭意研究を行なった結果、後記一般式で示される化合物は、皮膚に対する刺激がなく、生理学的にも安全であ

- 4 -



である。)

で表わされる化合物の少なくとも一つを含有していることを特徴とする化粧品である。

以下本発明の実施の態様を詳説する。

本発明に使用する前記一般式で示される化合物のR₁は前述の如く炭素数10~22のアルキル基又はアルケニル基であって、例えば、n-デシル基、n-ドデシル基、n-テトラデシル基、2-ペンチルノニル基、n-ヘキサデシル基、2-ヘキシルデシル基、n-オクタデシル基、2-ヘプチルウンデシル基、2-(1,5,5-トリメチル)ブチル-5,7,7-トリメチルオクチル基、n-オクタデセニル基、n-9,12-オクタデカジエニル基、n-9,12,15-オクタデカトリエニル基、2-オクチルドデシル基、n-ドコシル基が好ましいものの例として挙げることができる。

- 6 -

更に、本発明に使用する前記一般式で示される化合物の中で、例えば、 γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -デシルエーテル、 γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -ドデシルエーテル、 γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -テトラデシルエーテル、 γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -オクタデシルエーテル、 γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -2-ヘプチルウンデシルエーテル、 γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -2-ヘプチルウンデシルエーテル、 γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -9-オクタデセニルエーテル、 γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -2-ペンタヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコール α -2-(1,3,5-トリメチル)ブチル-5,7,7-トリメチルオクタールエーテル、 γ -(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコール α -ドデシルエーテル、 γ -(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコール α -2-ペンチルノニルエーテル、 γ -(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロヘキシル)アミノプロピレングリコール α -9-オクタデセニ

-7-

ルエーテル、N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-デシロキシプロピルグルコサミン、N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-(2-ヘプチルウンデシロキシ)プロピルグルコサミン、N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-n-9-オクタデセニロキシ)プロピルグルコサミン、N-2-ヒドロキシ-3-ドデシロキシプロピルガラクトサミン等が好ましいものの例として挙げられる。

本発明の一般式で表わされる化合物は、それらの少なくとも一つを前記化粧料の基剤と公知の方法で混合して、前記化粧料の中に含有せしめる。その使用量(含有量)は、通常、当該化粧料の重量に対して0.1~30重量% (好ましくは1~20重量%)の範囲内である。

例えば、皮膚化粧料の場合には通常1~10重量%が配合され、頭髮用化粧料の場合には5~20重量%の範囲内で使用する場合が多い。

本発明に使用する前記一般式で示される化合物は、高級アルコール(アルキル基又はアルケニル基の炭素数は10~22)のグリシジルエーテル

-9-

ル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール α -2-ヘプチルウンデシルエーテル、 γ -(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール α -9-オクタデセニルエーテル、 γ -(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール α -2-オクタルドデシルエーテル、 γ -(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール α -ドコシエーテル、 γ -(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコール α -2-(1,3,5-トリメチル)ブチル-5,7,7-トリメチルオクタールエーテル、 γ -(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコール α -ドデシルエーテル、 γ -(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコール α -2-ペンチルノニルエーテル、 γ -(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロヘキシル)アミノプロピレングリコール α -9-オクタデセニ

-8-

とその1モルに対して1,2~5倍モルの当該N-メチル-アルコールアミンとを加熱して付加反応させることによって、高収率で得られる。

前記一般式で示される化合物は一般に無色、淡黄色結晶、ペースト状、液状のものであって、水に易溶又は難溶、アルコール、石油エーテル、リグロイン等に易溶なことが多い。

以下にその合成例を示す。

合成例1 γ -(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール、 α -2-オクタルドデシルエーテルの合成

攪拌機、還流冷却器を備えた2000mlのフラスコにN-メチル-トリメチロールアミノメタン1.2モル、グリシジル2-オクタルドデシルエーテル1.0モルを入れ、120℃で4時間反応させた。反応後、内容物に1000mlの石油エーテルを加えて十分に攪拌を行なった後、室温にて2時間静置する。沈殿した未反応のN-メチル-トリメチロールアミノメタンをデカンテーションにより除き、

-10-

上澄み液を濃縮する。

次に残留物を高真空下(0.05 Torr)蒸留して、160℃迄の留分を除去し、目的化合物を得た。

収率91%, 淡黄色、ペースト。

尚、このものは、種々の分析(IR, NMR, MS等)により、前記の目的化合物であることを確認した。

合成例2: γ-(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)

アミノプロピレングリコール α-9-オクタデセニルエーテルの合成

合成例1と同様の反応器に、N-メチル-2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール7.2モル、グリシジルオレイルエーテル1.0モルを入れ、激しく撹拌しつつ、120℃で3.5時間反応させた。終了後、合成例1と同様の後処理を行ない、516#の前記目的化合物を得た。収率93%。淡黄色のペースト。

ここに得たものも、合成例1と同様の分析により前記の目的化合物であることを確認した。

合成例3: γ-(N-メチル-N-2,3,4,5,6

-11-

りに、N-メチル-ガラクトサミン1.2モル、グリシジル2-オクタデシルエーテルの代りに、グリシジル2-ヘプチルウンデシルエーテル1.0モルを使用する他は、前記合成例1と同様に行ない、前記目的化合物を得た。収率90%。淡黄色の半固体。

本発明の前記一般式で示される化合物は、後記第1表に示した化合物と同様に皮膚に対する刺激が少ない。

A. 動物皮膚刺激試験

・試験方法

Draizeの方法に準じ、被検試料0.5g塗布したパッチ片を背部の毛を刈り取った白色家兎(3羽を使用)皮膚に貼付する。家兎をゴム衣で覆い、動かぬように動物ホルダー中に固定する。24時間後にパッチ片を取り除き、下記の判定基準に従い反応の度合を記録する。また72時間後にも判定を行ない、26時間後と72時間後のスコアの平均値を算出し、刺激スコアとする。

判定:

ーペンタヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコール α-ドコシルエーテルの合成

合成例1において、N-メチルトリメチロールアミノメタンの代りにN-メチル-グルカミン1.5モル、グリシジル2-オクタデシルエーテルの代りに、グリシジルドコシルエーテル1.0モル使用する他は前記合成例1と同様に行ない目的化合物を得た。収率90%。淡黄色の固体。

合成例4: N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-デシロキシプロピルグルコサミンの合成

N-メチルトリメチロールアミノメタンの代りに、N-メチル-グルコサミン1,2モル、グリシジル2-オクタデシルエーテルの代りに、グリシジルデシルエーテル1.0モルを使用する他は、前記合成例1と同様に行ない、前記の目的化合物を得た。収率88%。淡黄色の半固体。

合成例5: N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-(2-ヘプチルウンデシロキシ)プロピルガラクトサミンの合成

N-メチルトリメチロールアミノメタンの代

- 12 -

(1) 紅斑及び皮形成

| | |
|-------------|-----|
| 紅斑なし | - 0 |
| 極めて軽微な紅斑 | - 1 |
| 確認できる紅斑 | - 2 |
| 中程度~激しい紅斑 | - 3 |
| 激しい紅斑と軽い皮形成 | - 4 |

(2) 浮腫の形成

| | |
|----------|-----|
| 浮腫なし | - 0 |
| 極めて軽微な浮腫 | - 1 |
| 軽微な浮腫 | - 2 |
| 中程度の浮腫 | - 3 |
| 激しい浮腫 | - 4 |

評価:

算出したスコア値により、刺激の度合は次の様に評価される。

| | |
|-----------|---------------|
| 0 ~ 2 | 僅かな刺激又は殆ど刺激なし |
| 2 以上 5 以下 | 中程度の刺激 |
| 5 以上 | 強い刺激 |

次に人体に対して皮膚一次刺激試験を行い、無刺激性であることが判明した。(第1表)

B、人体皮膚刺激試験

試験方法

閉鎖貼付試験法により、上又は前内側部に被検試料を塗布したネル布（1.5 cm四方）を貼皮し、その上から包帯でカバーする。24時間後にネル布、試料を取り除き、下記の判定基準に従って反応の度合を判定し、さらに48時間後にも判定を行う。

判定：

全く変化なし……… -

かすかな紅斑……… ±

明らかな紅斑……… +

紅斑以外に浮腫、水疱等の認められるもの……… ++

評価：

(+)、(++)を陽性とし、その陽性率により評価を行った。但し、被検者は無作為抽出した男子、女子各50名。

被検試料の調製：

第1表の被検物質を各々10重量%含有するオリーブ油を調製し、これを被検試料とした。

- 15 -

| | | |
|---|------|----|
| Q1)ポリオキシエチレンステアリアルアミン (5, E, O) | 1.7 | 15 |
| Q2)ソルビタンセスキステアレート | 1.0 | 3 |
| Q3)ラウリン酸ジェタノールアミド | 2.3 | 27 |
| Q4) γ -(N-メチル-N-2-ヒドロキシエチル) アミノプロピレングリコール α -デシルエーテル | 0.85 | 8 |

(注)：上記のQ1～Q4の化合物は従来非イオン界面活性剤である。

以上から明らかな様に、本発明に使用される前記一般式(1)で示される化合物は、皮膚に対する刺激が、従来非イオン界面活性剤に比べて非常に少ないことが判る。更にマウスによる経口毒性試験の結果、第1表の化合物は全てLD50 20g/kg以上であることが確認された。

本発明に係る前記一般式(1)で示される化合物は、上述の様に低刺激性、無毒性であるのみならず、これらは全て通常の油性基剤（例えば、流動パラフィン、油脂、エステル油、ワックス、高級アルコール等）に完全に溶解若しくは混和し、又、水にも良好に分散或いは溶解する。従って、

- 17 -

第 1 表

| 被検化合物 | 動物皮膚 | | 人体皮膚 | |
|--|------|--|------|--|
| | 刺激試験 | | 刺激試験 | |
| (1) γ -(N-メチル-N-1, 1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -デシルエーテル | 0.55 | | 0 | |
| (2) γ -(N-メチル-N-1, 1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -ドデシルエーテル | 0.17 | | 0 | |
| (3) γ -(N-メチル-N-1, 1-ジメチロールアミノプロピレングリコール α -オクタデシルエーテル | 0 | | 0 | |
| (4) γ -(N-メチル-N-1, 1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -9-オクタデシルエーテル | 0 | | 0 | |
| (5) γ -(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール α -2-(1, 3, 3-トリメチル)ブチル-5, 7, 7-トリメチルオクチルエーテル | 0 | | 0 | |
| (6) γ -(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール α -デシルエーテル | 0 | | 0 | |
| (7) N-メチル-N-2-ヒドロキシ-5-デシロキシプロピルグリコサミン | 0 | | 0 | |
| (8) N-メチル-N-2-ヒドロキシ-5-ドデシロキシプロピルグリコサミン | 0 | | 0 | |
| (9) ポリオキシエチレンオレイルエーテル (3, E, O) | 2.3 | | 2.1 | |
| Q4) ポリオキシエチレンステアリアルエーテル | 0.85 | | 8 | |

- 16 -

乳化タイプの化粧料の場合には、該化合物と油性基剤を加熱攪拌して混合した後、これに水を攪拌下に添加混合して乳化する等の方法により、又、ローションタイプの化粧料の場合は、該化合物と油性基剤のアルコール溶液に、攪拌しつつ水を添加する等の方法により、又、シャンプー等の化粧料の場合には、該化合物と他の原料とを加熱攪拌して均一に分散させる等の方法により、いずれも公知の技術を適用して容易に本発明の化粧料が製造される。以下、実施例について説明する。実施例中に示す部とは重量部、%とは重量%を意味する。

実施例1（油性スキンクリーム）

γ -(N-メチル-N-1, 1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -9-オクタデシルエーテル 3部、セレシン 20部、ワセリン 4部、ミツロウ 1.5部、鯨ロウ 1部、流動パラフィン 1.4部を混合して75℃で5分間加熱攪拌して均一に溶解した。次いでそこへ、75℃に加熱した精製水 70部を攪拌しながら添加し、

- 18 -

水酸化カルウム

0.05部

添加後、撹拌を続けながら室温まで冷却して油性のスキンクリーム（栄養クリーム）を得た。ここに得たクリームは肌目が極めて良く、光沢は82（JIS 28741-1962 光沢度測定方法2による）と優れており、又45℃に於ける経日安定性も6ヶ月以上安定であった。

実施例2（親水性スキンミルク）

（油相）

γ-(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-オクタデシルエーテル 1部

N-メチル-N-2-ヒドロキシ-5-(N-メチル-2-オクタデシルオキシ)プロピルグルコサミン 1部

流動パラフィン 8部

パルミチルパルミテート 5部

オリーブ油 8部

ステアリン酸 2部

セタノール 2部

香料 適量

（水相）

純水 73.5部

- 19 -

ソルビット 4部

酸化チタン 1.5部

焦オリン 1.5部

ベンガラ 0.02部

黄酸化鉄 0.02部

水 65部

上記組成の油相成分を80℃で均一分散する。一方、水相成分を同様に80℃で均一分散させる。次に前記油相を撹拌しながら、水相を添加し、乳化を行なった後、徐々に室温迄冷却してファンデーションクリームを得た。このものも45℃での保存に於いて、6ヶ月後も極めて安定であることが判明し、且つ、非常に化粧くずれを起しにくいファンデーションであることも確認された。

実施例4（スキンローション）

（ベース1）

1,5-ブチレングリコール 5部

プロピレングリコール 1部

ソルビトール 1部

純水 80部

- 21 -

上記割合の油相成分を80℃で均一に混合し、そこへ80℃の水相を撹拌しつつ徐々に加えて乳化する。その後撹拌を継続しながら室温迄冷却し、親水性のスキンミルクを得た。かくして得られたミルクは、10℃、20℃、40℃の粘度がそれぞれ8500cps、6800cps、5100cpsと温度による粘度変化が非常に小さく、使用後も優れたものであった。又、45℃に於いて、このものは6ヶ月後も極めて安定であった。

実施例5（油性ファンデーションクリーム）

γ-(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-9-オクタデセニルエーテル 3部

γ-(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-ドコシルエーテル 2部

固型パラフィン 2部

ワセリン 8部

流動パラフィン 15部

香料 適量

（水相）

- 20 -

色 素 適量

（ベース2）

エタノール（95%） 0.5部

γ-(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシ)アミノプロピレングリコールα-9-オクタデセニルエーテル 0.7部

香 料 適量

上記組成のベース1とベース2を室温下に充分撹拌混合し、スキンローションを得た。ここに得られたローションは、乾性の肌に対して顕著な保湿効果を示し、本発明のγ-(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコールα-9-オクタデセニルエーテル等は保湿剤として効果^(イ)も有することが判明した。

実施例5（栄養オイル）

（ベース1）

ラノリン 5部

オリーブ油 12部

オクタデシルミリステート 5部

流動パラフィン 4.5部

- 22 -

| | |
|---|-------|
| 油溶性ビタミン類 | 1.5部 |
| ジイソプロピルアジペート | 1.5 " |
| (ベース2) | |
| γ-(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-2-オクタデシルエーテル | 2 " |

γ-(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-デシルエーテル

水溶性ビタミン類 1 "

プロピレングリコール 2.5 "

香料 適量

ベース2の成分を50℃で充分攪拌して溶解させる。又、ベース1の成分を室温で溶解させる。次に30℃以下でベース2の中にベース1を攪拌しながら徐々に添加し、充分混和して栄養オイルを得た。この様に本発明の界面活性剤を用いることにより、本来、水溶性物質であり油類に対して殆ど溶解しない成分である、水溶性ビタミンやプロピレングリコールなどをも、油類に可溶化させることが出来、甚だ有用な界面活性剤であることが判明した。

- 25 -

に加熱攪拌し、均一に溶解させる。次に、激しく攪拌しつつ、油相の中に水相を徐々に加え、添加後、攪拌を続けながら室温まで冷却して、油性のヘアークリームを得た。この様にして得たクリームは頭髮に塗布した場合、べとつきなどの不快感、異和感を与えず、セット力も3~4日間持続するものであった。

実施例7(液体整髪剤)

γ-(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-12-ヒドロキシα-9-オクタデシルエーテル 2部

ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマー 1.3部

エタノール(95%) 40

純水 45

香料 適量

上記組成の各成分を室温下でよく混合溶解させ、液体整髪剤を得た。このものはべとつきが少なく、セット力も良好であった。

実施例8(シャンプー)

ラウリン酸カリウム 1.5部

又、ここに得た栄養オイルは浸透性に富む上に45℃、6ヶ月後も、水溶性ビタミン類やプロピレングリコールを分離することなく、極めて安定であった。

実施例6(油性ヘアークリーム)

(油相)

N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-α-オクタデシロキシプロピルグルコサミン 1部

γ-(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-α-9オクタデシルエーテル 3部

流動パラフィン 1.5部

ミツロウ 2.5部

固型パラフィン 2.5部

鯨ロウ 3.5部

香料 適量

(水相)

グリセリン 5 "

増粘剤 1.5 "

純水 6.5 "

上記組成の油相、及び水相を各々別々に70℃

- 24 -

ソジウムラクリルP. O. Eサルフェート 2部

ヘキシレングリコール 2 "

γ-(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシ)アミノプロピレングリコールα-ドデシルエーテル 5 "

γ-(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-2-ヘプタチルウンデシルエーテル 5.0 "

純水 6.8 "

香料 適量

上記組成の各成分を50℃に加熱攪拌して、均一に溶解し、更に攪拌下に室温まで冷却してシャンプーは洗浄力、起泡力に優れ、又、洗髪後、髪にきしみ感を与えることなく、良好なつやとしなやかさを与えるものであった。

実施例9(乳液状ヘアークリーム)

γ-(N-メチル-N-メチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-ドデシルエーテル 0.5部

N-メチル-2-ヒドロキシ-3-ヘキサデシロキシプロピルグルコサミン 0.4 "

ラウリンベンジルトリメチルアンモニウムクロリド 4

プロピレングリコール 5 "

セタノール 5 "

- 25 -

- 26 -

純 水
香 料85.1部
適 量

上記組成の各成分を50℃で加熱攪拌し、均一に分散させる。その後、更に攪拌しつつ室温まで冷却し、乳液状のリンスを得た。このものは髪に良好なうるおい、つや、しなやかさを与え、従来の界面活性剤では期待できなかった種々の特性を有していることが判明した。

実施例10（油性クリームの日乳化安定性）

前述の実施例1に於いて、 γ -（N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル）アミノプロピレングリコール α -9-オクタデセニルエーテルの代りに、本発明の他の化合物である γ -（N-メチル-N-トリメチロールメチル）アミノプロピレングリコール α -テトラデシルエーテル（ $\kappa 1$ ）、 γ -（N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル）アミノプロピレングリコール α -ドコシルエーテル（ $\kappa 2$ ）、 γ -（N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル）アミノプロピレングリコール α -2-ヘキシルデシルエーテル（

$\kappa 3$ ）、 γ -（N-メチル-N-トリメチロールメチル）アミノプロピレングリコール α -2-オクタルドデシルエーテル（ $\kappa 4$ ）、 γ -（N-メチル-N-トリメチロールメチル）アミノプロピレングリコール α -2-（1,5,5-トリメチル）ブチル-5,7,7-トリメチルオクタールエーテル（ $\kappa 5$ ）、及び公知の γ -（N-メチル-N-2-ヒドロキシエチル）アミノプロピレングリコール α -デシルエーテル（ $\kappa 6$ ）、ポリオキシエチレンステアリルエーテル（3,ED）（ $\kappa 7$ ）、ステアリン酸ジェタノールアミド（ $\kappa 8$ ）をそれぞれ用いてクリームを調製し、45℃に保った恒温室内に放置して、日乳化安定性を調べた。その結果を第2表に示す。

以下余白

- 27 -

- 28 -

第 2 表

| 期間 試料 κ | 1ヶ月 | 3ヶ月 | 6ヶ月 | 1年 |
|-------------------|--------|------|-----|----|
| (1) | 変化なし | " | " | " |
| (2) | 変化なし | " | " | " |
| (3) | 変化なし | " | " | " |
| (4) | 変化なし | " | " | " |
| (5) | 変化なし | " | " | " |
| (6) | 油が分離 | — | — | — |
| (7) | 油が分離 | 水が分離 | — | — |
| (8) | 油、水が分離 | — | — | — |

以上の結果から明らかな様に、本発明の化粧料（1～5）は、日乳化安定性に於いて、従来のものより著しく優れており、又、外観、光沢、感触も良好であった。

実施例11（シャンプーの起泡力、毛髪動摩擦力、眼粘膜刺激性）

非イオン界面活性剤として、本発明の γ -（N-メチル-N-1,1-ジメチロールメチル）アミノプロピレングリコール α -デシルエーテル（ κ

1）、 γ -（N-メチル-N-トリメチロールメチル）アミノプロピレングリコール α -ドデシルエーテル（ $\kappa 2$ ）、N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-ドコシロキシプロピルグルコサミン（ $\kappa 3$ ）、 γ -（N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシヘキシル）アミノプロピレングリコール α -2-オクタルドデシルエーテル（ $\kappa 4$ ）、N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-（9-オクタデセロニキシ）プロピルガラクトサミン（ $\kappa 5$ ）及び市販のラウリン酸ジェタノールアミド（ $\kappa 6$ ）、ステアリン酸モノエタノールアミド（ $\kappa 7$ ）、 γ -（N-メチル-N-2-ヒドロキシエチル）アミノプロピレングリコール α -ドデシルエーテル（ $\kappa 8$ ）をそれぞれ用いて、下記の組成のシャンプーを実施例8に準じて調製し、被検試料とした。

（組 成）

非イオン界面活性剤 …………… 5部
ラウリン酸カリウム …………… 20部
セチルピリジニウムブロミド …………… 0.5部

- 29 -

- 30 -

| | |
|------------|------|
| セタノール | 0.8部 |
| エタノール(95%) | 6 " |
| 純水 | 65部 |
| 香料 | 適量 |

(試験方法)

1. 起泡力

試料10gを水で1000gに希釈した溶液を調製し、これをロスマイルス起泡力試験器を用いて、40℃で起基し、10秒後の泡の高さを測定した。

2. 毛髪動摩擦係数

各試料の0.1%水溶液に人毛を5分間浸漬後、流水中で水洗し乾燥する。この毛髪を20℃相対湿度65%の条件下に24時間放置後レーダー法により、摩擦速度2mm/分、荷重500mgの条件で測定した。

3. 動物眼粘膜刺激試験

白色家兎を用いて行なった。0.1%の試料を定基準は次の通りである。

| | |
|-------------|-----|
| (1) 角膜白濁の程度 | スコア |
| 透 明 | 0 |

- 51 -

| | |
|-------------------|---|
| 不透明を通して虹彩の細部まで見える | 1 |
| " " が僅かに不明瞭 | 2 |
| " " は見えないが | 3 |
| 虹彩も瞳孔も判別できない | 4 |

(1) 白濁の面積

| | |
|---------|---|
| 白濁部分なし | 0 |
| 1/4 以下 | 1 |
| 1/4~1/2 | 2 |
| 1/2~3/4 | 3 |
| 3/4 以上 | 4 |

全スコアは(1)×(2)で与えられる。

(判定基準)

| | |
|-----------|---------|
| 0 ~ 0.5 | 無刺激性 |
| 1.5 ~ 2.5 | 殆ど無刺激 |
| 2.5 ~ 4.5 | 極く軽度の刺激 |

以上の結果を第5表に示す。

(以下余白)

- 52 -

第 5 表

| 試料No | 起泡力試験 | 毛髪動摩擦係数 | 眼粘膜刺激試験 |
|------|-------|---------|---------|
| (1) | 255 | 0.187 | 0 |
| (2) | 250 | 0.181 | 0 |
| (3) | 222 | 0.185 | 0 |
| (4) | 255 | 0.178 | 0 |
| (5) | 228 | 0.176 | 0 |
| (6) | 185 | 0.251 | 4 |
| (7) | 171 | 0.227 | 5 |
| (8) | 153 | 0.228 | 4 |

また、(1)~(2)の試料の0.1%水溶液に人毛を5分間浸漬後、流水中で水洗し、更に0.1%塩化ベンザルコニウム液に浸漬し、リンスした後流水中で水洗し20℃、相対湿度65%の条件下に24時間放置後レーダー法により摩擦速度2mm/分、荷重500mgの条件下で毛髪動摩擦係数を測定した。

その結果を第4表に示す。

(以下余白)

第 4 表

| 試料No | リンス前の毛髪動摩擦係数 | リンス後の毛髪動摩擦係数 |
|------|--------------|--------------|
| 1 | 0.187 | 0.177 |
| 2 | 0.181 | 0.175 |
| 3 | 0.185 | 0.170 |
| 4 | 0.178 | 0.171 |
| 5 | 0.176 | 0.170 |
| 6 | 0.251 | 0.187 |
| 7 | 0.227 | 0.185 |
| 8 | 0.228 | 0.181 |

以上の結果より、本発明の化合物(No.1~No.5)は市販の界面活性剤(No.6~No.8)に比較して起泡性(泡立ち)の優れたシャンプー基剤であり、またリンス使用前から毛髪動摩擦係数が小さくリンス効果をも兼備した理想的なシャンプー、リンス基剤である。

以上の様に、本発明のシャンプーは、他の類縁界面活性剤を使用したシャンプーと比較して、起

泡力に優れ、又、毛髪動摩擦係数が小さく、リン、ス効果を有し眼粘膜に対する刺激も少ないことが判る。

実施例 12 (液体メイクアップ料中の顔料分散性)

界面活性剤(乳化分散剤)として、本発明の γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -2-(1,3,3-トリメチル)ブチル-5,7,7-トリメチルオクタールエーテル(Ⅵ1)、 γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -n-9-オクタデセニルエーテル(Ⅵ2)、 γ -(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール α -2-オクタドデシルエーテル(Ⅵ3)、 γ -(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール α -ドコシルエーテル(Ⅵ4)、及び市販のソルビタンモノステアレート(Ⅵ5)、 γ -(N-メチル-N-2-ヒドロキシエチル)アミノプロピレングリコール α -オクタデシルエーテル(Ⅵ6)を用いて、後記の如く各液体メイクアップ料を調製し、酸化チタンに対する分散力をしらべた。

(油 相)

| | |
|-------------|------|
| 界面活性剤 | 3 部 |
| 流動パラフィン | 35 " |
| セタノール | 5 " |
| ヒマシ油 | 5 " |
| イソプロピルアルコール | 2 " |
| 香 料 | 適 量 |

(水 相)

| | |
|-------|------|
| 酸化チタン | 2 部 |
| 純 水 | 50 " |

上記、油相成分を80℃に加温し、激しく撹拌しながら均一に溶解させる。又、同様に水相成分を均一に分散させる。次に、同じ温度で撹拌しながら油相の中に水相を添加し、均一に分散させた後、撹拌しつつ室温迄冷却して、液状のメイクアップ料(Ⅵ1~Ⅵ6)を得た。次に各試料10mlずつを20mlの遠心管に入れ、熱遠心処理(45℃1500rpm. 10分)を行なった後、上層液約1.0

- 55 -

を精密に秤り、ルッポに入れる。ルッポをバーナー上で恒量に達する迄(約1時間)強熱して内容物を完全に灰化させ、この強熱残分について酸化チタンを定量することにより(化粧品原料基準注解、第一版、酸化チタンの容量定量法による)分散力を比較した。結果を第5表に示す。尚、表中にはソルビタンモノステアレート(試料Ⅵ5)の場合の値を100としたときの換算値で示した。

第 5 表

| 試料Ⅵ | 分散力 |
|-----|-----|
| 1 | 133 |
| 2 | 158 |
| 3 | 131 |
| 4 | 156 |
| 5 | 100 |
| 6 | 104 |

この様に、本発明の界面活性剤は既存の類縁化合物に比べて著しく顔料分散性に於いても優れていることが判る。又、他の顔料、カオリン、タルク、群青、カーボンブラックその他を用いた試験でもほぼ

同様の結果が得られた。

実施例 13 (油性ファンデーションクリームの隠蔽力)

界面活性剤として、本発明の γ -(N-メチル-N-2,5,4,5,6-ペンタヒドロキシアミノプロピレングリコール α -ドコシルエーテル(Ⅵ1)、N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-(n-9-オクタデセニル)プロピルガラクトサミン(Ⅵ2)、 γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール α -n-9-オクタデセニルエーテル(Ⅵ3)、 γ -(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール α -ドコシルエーテル(Ⅵ4)、及び市販のソルビタンセスキベヘネート(Ⅵ5)、オレイン酸ジイソプロパノールアミド(Ⅵ6)、 γ -(N-メチル-N-2-ヒドロキシエチル)アミノプロピレングリコール α -ドコシルエーテル(Ⅵ7)を夫々用いて、下記の組成のファンデーションクリームを実施例3に準じて調製した。

(油 相)

- 57 -

- 58 -

| | |
|---------|-------|
| 界面活性剤 | 5 部 |
| ワセリン | 2.5 " |
| カルナバロウ | 1.5 " |
| ラノリン | 1.5 " |
| 流動パラフィン | 1.5 " |
| 香料 | 適量 |

(水相)

| | |
|-------------|--------|
| 1,3-ブタンジオール | 5 部 |
| 酸化チタン | 2 " |
| カオリン | 1.5 " |
| ヘンガラ | 0.02 " |
| 黄酸化鉄 | 0.02 " |
| 純水 | 65 " |

(測定方法)

厚さ0.5mmの薄銅板を備えたクリプトメーターを用いて、隠蔽力測定法(JIS K5101-1964)により測定した。結果は第6表に示した。尚、表に示した値は、ソルビタンセスキベヘネートを用いた場合(試料45)の値を100とした換算値である。

- 39 -

第 6 表

| 試料45 | 隠蔽力 |
|------|-----|
| (1) | 161 |
| (2) | 173 |
| (3) | 158 |
| (4) | 155 |
| (5) | 100 |
| (6) | 79 |
| (7) | 108 |

実施例14(シャンプー)

実施例8において使用した本発明の化合物の代りに、以下に示す本発明の化合物(41~45)を各10部使用する他は、実施例8と同様にしてシャンプーを製造した。得られたシャンプーは何れも洗浄力、起泡力に優れ、又洗髪後、髪にきしみ感を与えることなく、良好なつやとしなやかさを与えるものであった。

以下空白

- 40 -

- 46 本発明の化合物
- (1) γ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-デシルエーテル
 - (2) γ -(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-デシルエーテル
 - (3) γ -(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシル)アミノプロピレングリコールα-テトラデシルエーテル
 - (4) N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-(n-9-オクタデセニロキシ)プロピルグルコサミン
 - (5) N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-(2-ヘプチルウンデシロキシ)プロピルガラクトサミン

出願人 鐘紡株式会社

代理人 弁理士 足立英